

应，根部不供应GB，则本品种黄瓜幼叶就没有可检测水平的GB；根部供应的浓度越高，幼叶的GB含量也越高。在所施用的浓度范围内（0~25mmol/L），GB易被黄瓜幼苗吸收且没有出现饱和现象。其后的试验结果表明，黄瓜幼苗积累GB水平与抗冷性的提高有一定的相关性。

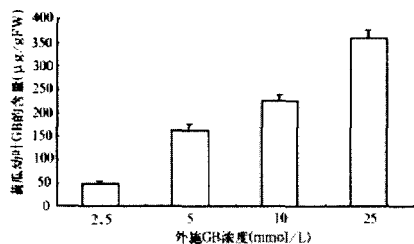


图5 根施不同浓度的GB对黄瓜幼叶GB含量的影响

3 结论

HPLC技术是近年来发展较快的检测技术之一，由于其操作简便，具有高效、高速、高灵敏度等特点，为越来越多的分析实验所采用。本实验建立较理想的色谱测定条件，并测定了黄瓜幼苗第一片真叶GB的

含量，取得较为满意的效果。陈少良等人^[4]用HPLC法测定GB时，流动相中要加入离子对试剂，通过GB与离子对试剂结合成中性络合物，以延长GB的保留时间，才能使GB与其它组分分离。流动相中如不加入离子对试剂时，则GB与其它组分不能达到基线分离。本试验中，流动相中不加入离子对试剂，但调整了流动相的流速（0.4mL/min）和pH值（5.0），同样也能使GB与其它组分达到完全的分离效果。因此，本试验获得的方法可省去价格较贵的离子对试剂，从而可节省实验费用，又简化实验操作。

参考文献

- [1] Robinson SP, Jones GP. Accumulation of Glycine Betaine in Chloroplasts Provides Osmotic Adjustment During Salt Stress, Aust J Plant Physiol, 1986, 13: 659~668
- [2] 刘家尧, 衣艳君, 赵可夫等. 甜菜碱的测定技术及其在植物抗盐生理中的作用. 曲阜师范大学学报, 1994, 20(2): 66~69
- [3] 林炳承, 邹雄, 韩培祯. 高效液相色谱在生命科学中的应用. 济南: 山东科学技术出版社, 1996, 1~2
- [4] 陈少良, 毕望富, 李金克等. 反相离子对色谱法测定植物组织中的甜菜碱. 植物学报, 2000, 40(10): 1014~1018

蔬菜中有机磷农药残留的检测方法

李璐 徐秀玲 刘加成 陈杰

（青岛市城阳区农产品质量监督检测站 青岛 266109）

摘要 研究蔬菜中四种有机磷农药（敌敌畏、甲胺磷、毒死蜱、对硫磷）残留同时分析的方法。采用气相色谱氮磷检测器，在程序升温条件下不分流进样，根据保留时间确定样品组分。在所测定的含量范围内，含量与峰面积的相关系数均大于0.99，平均回收率在64.7%~91.8%之间。

关键词 气相色谱；氮磷检测器；有机磷农药；程序升温

中图分类号 Q613.62；Q658.6

Determination of Organophosphorus Pesticide Residues in Vegetables

Li Lu, Xu Xiuling, Liu Jiacheng, Chen Jie

(Qingdao Chengyang Agricultural Products Quality Supervision and Control Station, Qingdao 266109, China)

Abstract A method for simultaneous determination of four kinds of organophosphorus pesticide residues (dichlorvos, parathion, chlorpyrifos, methamidophos) in vegetables was established by gas chromatography. The determination was carried out using a gas chromatograph equipped with a nitrogen-phosphorus detector. The analysis was done by programmed temperature. According to the retention time, the ingredient of the samples could be confirmed. The correlation coefficients, both the content and peak area, were more than 0.99. The average recovery was varied from 64.7% to 91.8%.

Key words Gas chromatograph; nitrogen-phosphorus detector; organophosphorus pesticide; programmed temperature

收稿日期：2004-03-31

作者简介：李璐（1972-），女，青岛人，工程师，从事农药、兽药分析工作。

前言

近年来我国的冷冻蔬菜以及蔬菜制品大量出口日本、韩国等国家，而这些国家对蔬菜中农药残留量的控制要求越来越严格，其中敌敌畏、甲胺磷、毒死蜱和对硫磷是其中必检项目。以往的检测方法存在回收率太低、毒死蜱和对硫磷分离不完全等问题。为此我们研究了这种适用于低浓度分析的检测方法，采用简便的提取方法来减少前处理造成的损失，用中等极性的毛细管柱来有效分离毒死蜱和对硫磷。平均回收率敌敌畏达 64.7%~70.0%，甲胺磷达 72.1%~78.6%，毒死蜱达 81.9%~87.9%，对硫磷达 86.6%~91.8%，能够满足出口蔬菜农残检测的要求。

1 实验部分

1.1 主要仪器设备

CP-3800Varian 瓦里安气相色谱系统 (带有氮磷检测器,电子流量控制,色谱柱为30m*0.32mmID*0.25 μm);载气为氮气 (纯度为 99.999%);组织捣碎机;震荡器;3mL 的 SPE 柱 (填料为弗罗里硅土)。

1.2 标准物质和试剂

敌敌畏、甲胺磷、毒死蜱及对硫磷标准溶液(100 μg/mL,农业部环境保护科研监测所配制)。二氯甲烷、正己烷均为分析纯,使用前全玻璃蒸馏器重蒸馏;无水硫酸钠:650℃ 烘烤 4 小时,备用;活性炭粉 (分析纯)。

1.3 实验方法

1.3.1 样品制备

样品经组织捣碎机破碎成浆状。

1.3.2 样品提取

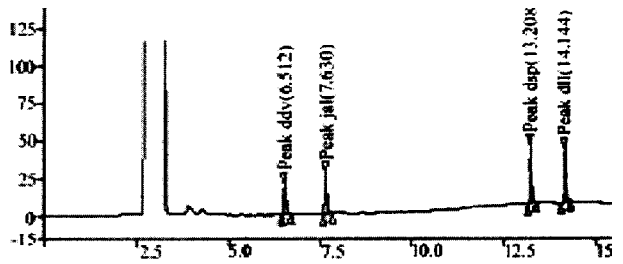
称取 10.00 克破碎好的混匀样品置于 250mL 具塞锥形瓶中,加入 30~100 克无水硫酸钠 (根据菜的含水量)脱水,剧烈振摇后有固体硫酸钠存在即可,加入 0.2~0.8 克活性炭 (根据菜的色素含量)脱色,加入 50.00mL 二氯甲烷,在震荡器上振荡提取半小时,经滤纸过滤量取 25.00mL 滤液置于烧杯中,氮气吹干,用正己烷溶解残渣并定容至 2.00mL,过 3mL 的 SPE 柱后进样。

2 结果与讨论

2.1 仪器测定条件

对色谱条件进行了优化,经实验表明选用 30m*0.32mm*0.25 μmDM-1701 型毛细柱,进样口温度:230℃,检测器 (TSD) 温度:300℃,程序升温条件下,80℃-

-30℃/min--160℃(保持3min)--15℃/min--250℃(保持6min),恒流,不分流进样,载气流速1.0mL/min,氢气流速:4.3mL/min,空气流速:175mL/min,尾气气流速:25mL/min,进样 1.0 μL,四种有机磷化合物均达到基线分离,而且分析时间在十几分钟内完成,大大提高了分析效率。图 1 和图 2 分别给出标准物质及实际样品加标的色谱图。



(自左向右依次为: 敌敌畏、甲胺磷、毒死蜱、对硫磷)

图1 四种农药的混标色谱图

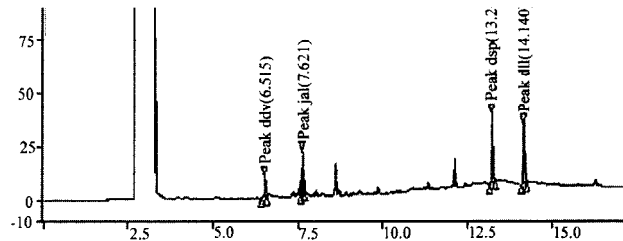


图2 大蒜样品加标的色谱图

2.2 检出限、线性关系

在最佳色谱条件下,测定了四种有机磷化合物的保留时间的重现性、检出限 (信噪比的 2 倍) 标准曲线的相关系数,见表 1。

表 1 有机磷农药在 DM-1701 柱上的分析性能参数(N=6)

化合物	平均保留时间 (min)	RSD (%)	相关系数	检出限 (μg/L)
敌敌畏	6.51	0.01	0.9985	2.0
对硫磷	7.63	0.01	0.9992	1.5
毒死蜱	13.20	0.02	0.9995	1.0
对硫磷	14.15	0.01	0.9997	1.0

2.3 实际样品分析

按照测定步骤,测定蔬菜中的这几种农药的实际含量,并加入一定量的标准物质于实际样品中考察方法的准确性和可靠性,由于敌敌畏和甲胺磷出峰较早,受基质影响较重,平均回收率明显低于毒死蜱和对硫磷。结果见表 2。

表2 实际样品的平均加标回收率

化合物	加入量 ($\mu\text{g/kg}$)			加标后测得值 ($\mu\text{g/kg}$)			平均回收率 (%)	RSD (%)
敌敌畏	1.50	1.20	1.00	1.02	0.81	0.67	67.5	0.7
	9.50	9.70	10.00	6.67	6.83	7.05	70.4	0.2
甲胺磷	1.50	1.20	1.00	1.10	0.87	0.73	72.9	0.6
	9.50	9.70	10.00	7.15	7.30	7.55	75.4	0.2
毒死蜱	1.50	1.20	1.00	1.19	0.95	0.79	79.2	0.2
	9.50	9.70	10.00	8.01	8.14	8.37	84.0	0.4
对硫磷	1.50	1.20	1.00	1.27	1.01	0.84	84.3	0.4
	9.50	9.70	10.00	8.26	8.50	8.80	87.5	0.6

3 结 论

本方法在参考国家标准和国外先进方法的基础上

对以往常用方法进行了改进,优化了色谱条件,形成了一套实用性比较强的新方法,在十几分钟的时间内完成四种农药的同时检测,并使平均回收率达70%以上,是一种经济实用、快速准确的方法。

参考文献

- [1] 杨惠芬,李明元,沈文主编.食品卫生理化检验标准手册,北京:中国标准出版社,1997
- [2] 周学良主编,朱良天编写.精细化学品大全*农药卷,杭州:浙江科学技术出版社,2000,12,239

利用分光光度法同时测定混合染料中 三种染色剂成分的初步研究

王志辉

(北京普析通用仪器有限责任公司 北京 100081)

E-mail:wang-zhihui@pku.org.cn

摘 要 介绍了利用解联立方程组的方法,在紫外可见分光光度计上实现了对酸性红、酸性棕和酸性黑的混合染料中三种成分浓度的同时测定。该法不需要预分离,可直接测定,操作简便。测定结果比原用的比色法测定结果更加可靠,本方法对于相关化工产品的分析测定具有一定的推广应用价值。

关键词 酸性红; 酸性棕; 酸性黑; 紫外可见分光光度计; 联立方程

中图分类号 O657.3

Preliminary Study of Simultaneous Determination of Three Kinds of Water -Soluble Dyes Using Spectrophotometry

Wang Zhihui

(Beijing Purkinje General Instrument Co.ltd, Beijing 100083,China)

Abstract The article presents a simultaneous determination method for three kinds of water-soluble dyes: acid red, acid brown and acid black by solving simultaneous equations using a UV-VIS spectrophotometer. The proposed method is simple and easy to operate. It can be used to analyze the samples directly without pre-separation. The determination results are more convincing than those of using colorimetry. This method is of value to further application in determining some chemical products.

Key words Acid red; acid brown; acid black; UV-VIS spectrophotometry; simultaneous equations

酸性红是一种单偶氮类酸性染料。酸性棕属三偶氮类酸性染料,是一种性能优良的棕色酸性染料,适用于羊毛、丝绸、锦纶等织物的染色,其特点是:溶解性好,牢度高(特别是耐高温牢度好),上色率高。酸性黑属三偶氮类酸性染料,可用于羊毛、蚕丝的染色和印花,也可用于皮革的着色,是一种蓝光黑色粉末,可溶于水,于硫酸中呈暗紫色。此三种染料以适当比例混合,加入水和助染剂可用于木材的染色。混

合染料经过一次木材染色后颜色变浅,一定浓度的染料会被木材吸附,如果需要用此混合染料溶液继续为木材染色,需要按一定比例添加损失掉的染料的量,因此要求测定三种成分的染色剂的减少量。这可通过测定染色前后混合溶液中三种染料的浓度来确定。本文利用解联立方程的方法,在紫外可见分光光度计上实现了对酸性红、酸性棕和酸性黑的混合染料中三种成分浓度的同时测定。

收稿日期:2004-04-06

作者简介:王志辉,男,1977年出生,北京大学硕士,研究方向为仪器分析。

现代科学仪器 2004 5

57